

ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN

AN 1956:10623 CAPLUS

DN 50:10623

OREF 50:2194b-d

TI Waxy diamides of fatty acids

IN Finck, Emil

PA Badische Anilin- & Soda-Fabrik Akt.-Ges.

DT Patent

LA Unavailable

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE	
PI	DE 932965		19550912	DE		<--
AB	Fatty acids, preferably long-chain, or their functional derivs. convertible to amides, react with cycloaliphatic p-diamines, the NH ₂ radicals of which are directly linked to cycloaliphatic nuclei to give waxlike diamides of good elec. properties and chem. resistance. They are useful as sealing compns., cable waxes, and in the manuf. of elec. condensers. Thus, a mixt. of 5.6 parts oleic acid (acid no. 198) and 2.1 parts bis(4-aminocyclohexyl)-methane (I) was heated at 240°. Water was split off and the acid no. reduced to 2-3. A pale-yellow waxy diamide, dropping point 144°, was recovered. The following diamides were similarly prep'd. (dropping points in parenthesis) from: bleached montanic acid (acid no. 150) and I (167°); fish-oil fatty acid (acid no. 192) and 1,4-diamino-cyclohexane (180°); rapeseed-oil fatty acid (acid no. 180) and dodecahydrobenzidine (240°).					

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949
(WIGBL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
12. SEPTEMBER 1955

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 932 965

KLASSE 12 o GRUPPE 25

B 14208 IVc / 12 o

Dr. Emil Finck, Ludwigshafen/Rhein
ist als Erfinder genannt worden

Badische Anilin- & Soda-Fabrik Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/Rhein

Verfahren zur Herstellung wachsartiger Fettsäurediamide

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 17. März 1951 an

Patentanmeldung bekanntgemacht am 4. September 1952

Patenterteilung bekanntgemacht am 18. August 1955

Es ist bekannt, Fettsäuren mit aliphatischen oder aromatischen Diaminen zu den entsprechenden Diamiden umzusetzen. Die erhaltenen Produkte haben, je nach der Wahl der Ausgangsstoffe, mehr oder minder stark ausgeprägten Wachstcharakter und besitzen sogar gegenüber den Naturwachsen einen zum Teil wesentlich höheren Tropfpunkt. Dieser ist besonders hoch bei Diamiden aus Fettsäuren und aromatischen Diaminen, in denen die Aminogruppen in Parastellung zueinander stehen. So hat beispielsweise das Dianid aus Tranfettsäure und p-Phenyldiamin den Tropfpunkt 144°, während das entsprechende Diamid des m-Phenyldiamins einen Tropfpunkt von nur 98°, das des o-Phenyldiamins einen solchen von 80° besitzt.

Es wurde nun gefunden, daß sich wachsartige Fettsäurediamide mit besonders hohem Tropfpunkt

dadurch erhalten lassen, daß man Fettsäuren, vorzugsweise solche von größerer Kettenlänge, bzw. deren funktionelle Derivate, mit cycloaliphatischen p-Diaminen, deren NH₂-Gruppen direkt an cycloaliphatische Ringe gebunden sind, zu Diamiden umsetzt. Hierfür geeignete cycloaliphatische Diamine sind z. B. die 1,4-, 1,3- oder 1,2-Diaminocyclohexane, ferner Diaminocyclohexylverbindungen mit mehreren Ringen, die direkt oder durch eine oder mehrere Methylengruppen, gegebenenfalls auch durch andere Gruppen, miteinander verbunden sind. Als Beispiele hierfür seien genannt: Dodekahydrobenzidin; 4,4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan und -äthan; 4,4'-Diamino-bis-cyclohexylamin; 4,4'-Diamino-bis-cyclohexylketon und 1,4-Diaminotetra- oder -dekahydronaphthalin. Die cycloaliphatischen Ringe können auch sub-

stituiert sein, z. B. durch Halogen-, Methyl-, Oxy-, Methoxy- oder Nitrogruppen.

- Als Säuren können beliebige Fettsäuren oder Fettsäuregemische Verwendung finden, vorzugsweise jedoch solche mit höherem Molekulargewicht, wobei die Kettenlänge im allgemeinen auf die Höhe des Tropfpunktes keinen wesentlichen Einfluß hat, wohl aber die Härte des Produktes bestimmt. So geben Säuren mit Kettenlängen bis etwa 8 Kohlenstoffatomen (C_8) mäßig harte Amide von kristalliner Struktur, während diese mit steigender Kettenlänge der Säure wachsähnlicher und die Produkte härter werden. Die Wachseigenschaften sind besonders ausgeprägt, wenn in den verwendeten Fettsäuren solche mit einer oder mehreren Doppelbindungen enthalten sind. Die Säuren können auch verzweigt oder substituiert sein, z. B. Oxy- oder Aminogruppen oder Halogenatome aufweisen.
- Die Kondensationsprodukte aus cycloaliphatischen Diaminen und Fettsäuren oder ihren funktionellen Derivaten gleichen im Aussehen, in der Struktur und den sonstigen Eigenschaften den natürlichen Wachsen mehr als die unter Verwendung von aromatischen Diaminen hergestellten Produkte und haben einen wesentlich höheren Tropfpunkt. Durch entsprechende Auswahl von Säuren und Diaminen lassen sich Wachse verschiedenster Härtegrades mit Tropfpunkten von etwa 100 bis 240° herstellen. Sie sind wasserfester als die Naturwachse, haben gute elektrische Eigenschaften und sind auch gegen Chemikalien sehr widerstandsfähig. Wachse dieser Art eignen sich vor allem für die Verwendung in der Elektroindustrie, z. B. als Vergußmassen, als Kabelwachse, für die Herstellung von Kondensatoren, wobei der hohe Fließpunkt von besonderem Wert ist.

- Die Herstellung geschieht am einfachsten durch Zusammenschmelzen beider Komponenten im be-rechneten Verhältnis und durch Erhitzen auf 160°, zweckmäßig bis 250° unter Stickstoffatmosphäre oder im Stickstoffstrom, um eine Oxydation zu verhindern und das abgespaltene Wasser möglichst schnell zu entfernen. Mit dem gleichen Erfolg kann man auch Fettsäureester oder Fettsäurechloride mit den Diaminen umsetzen. Statt der freien cycloaliphatischen Diamine kann man auch deren Salze oder deren Diacylverbindungen mit flüchtigen Säuren verwenden. Es können zwei gleiche oder verschiedene Fettsäurereste an das Diamin gebunden werden. Im letzten Falle wird zweckmäßig von einem Fettsäuremonoamid des cycloaliphatischen Diamins ausgegangen.

- Die in den nachstehenden Beispielen aufgeführten Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1

- 5,6 Teile Ölsäure (Säurezahl = 198) werden mit 2,10 Teilen 4,4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan 60 allmählich auf 240° erhitzt, wobei sich lebhaft

Wasser abspaltet, und die Säurezahl auf 2-3 zurückgeht. Das erhaltene Diamid ist ein schwach gelbliches, bei Raumtemperatur plastisches Wachs mit einem Tropfpunkt von 144°. (Tropfpunkt des entsprechenden Diamids aus 4,4'-Diaminodiphenylmethan und Ölsäure = 102°.)

Beispiel 2

7,5 Teile gebleichte Montansäure (Säurezahl = 150) werden mit 2,10 Teilen 4,4'-Diamino-bis-cyclohexylmethan so lange auf 230 bis 240° erhitzt, bis die Säurezahl auf 2-3 gesunken ist. Das Diamid ist ein helles, sehr hartes polierfähiges Wachs mit dem Tropfpunkt 167°. (Das entsprechende Diamid des 4,4'-Diaminodiphenylmethans 75 hat einen Tropfpunkt von 112°.)

Beispiel 3

5,6 Teile Tranfettsäure (Säurezahl = 192) werden mit 1,14 Teilen 1,4'-Diaminocyclohexan allmählich auf 230 bis 240° erhitzt, bis die Säurezahl auf 0 abgesunken ist. Das Diamid ist ein bienenwachsartiges Produkt mit einem Tropfpunkt von 180°. (Das entsprechende Diamid des p-Phenyldiamins hat einen Tropfpunkt von 144°.)

Ein ähnliches Produkt erhält man, wenn man statt der Tranfettsäure die berechnete Menge Stearinsäure, Ricinolsäure, Tallölfettsäure oder Laurinsäure verwendet.

Beispiel 4

6,2 Teile Rübolsäure (Säurezahl = 180) werden mit 2,0 Teilen Dodekahydrobenzidin bis zum Absinken der Säurezahl auf 0 auf 260 bis 280° erhitzt. Es entsteht ein hellbraunes, hartes, doch elastisches Wachs mit dem Tropfpunkt 240°. (Das entsprechende Diamid des Benzidins hat einen Tropfpunkt von 215°.)

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung wachsartiger Fettsäurediamide, dadurch gekennzeichnet, daß man Fettsäuren, vorzugsweise solche von größerer Kettenlänge, bzw. deren amidierbare funktionelle Derivate mit cycloaliphatischen p-Diaminen; deren NH_2 -Gruppen direkt an cycloaliphatische Ringe gebunden sind, zu Diamiden umsetzt.

2. Verfahren zur Herstellung wachsartiger Stoffe gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man statt der freien cycloaliphatischen Diamine deren Salze oder Mono- oder Diacylderivate mit flüchtigen Säuren verwendet.

Angezogene Druckschriften:

Deutsche Patentschriften Nr. 805 718, 728 628, deutsche Patentanmeldung D 78155 IVc 22g (Patent Nr. 764 031); französische Patentschrift Nr. 903 837.